

454.003

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Application of: :  
DELALU et al :  
Serial No.: :  
Filed: Concurrently Herewith :  
For: PROCESS...MONOCHLORAMINE :  
475 Park Avenue South  
New York, NY 10016


**PRIORITY DOCUMENT**

Hon. Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

With respect to the above-captioned application, Applicants claim the priority of  
the attached application as provided by 35 U.S.C. 119.

Respectfully submitted,  
Muserlian, Lucas and Mercanti



Charles A. Muserlian, 19,683  
Attorney for Applicant(s)  
Tel. # (212) 661-8000

CAM:sd

Enclosure: Certified Priority Document

French Patent Application No. 02 13765 filed November 4, 2002  
Return Receipt Postcard





# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 03 SEP. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'M. Planche', enclosed within a large, loopy oval stroke.

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
[www.inpi.fr](http://www.inpi.fr)





26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 260899

<b>REMISSÉES EN 45 JOURS</b> <b>DATE</b> 14 NOV 2002 <b>LIEU</b> 75 INPI PARIS <b>N° D'ENREGISTREMENT</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI <b>DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE</b> 04 NOV. 2002 PAR L'INPI		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE SNPE Service Propriété Industrielle 12, Quai Henri IV 75181 PARIS - CEDEX 04 FRANCE	
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) B. 1197 - PI/ D7			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
<i>Demande de brevet initiale</i> <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i>		N°	Date <input type="text"/>
		N°	Date <input type="text"/>
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>		<input type="checkbox"/>	Date <input type="text"/>
		N°	Date <input type="text"/>
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> Procédé de synthèse de la monochloramine			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ</b> OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR</b>		<input checked="" type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		ISOCHEM	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN		3 . 0 . 4 . 8 . 2 . 8 . 5 . 0 . 2	
Code APE-NAF		2 . 4 . 4 . A	
Adresse	Rue	12, Quai Henri IV	
	Code postal et ville	75004	PARIS
Pays		FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES REMPLISSÉS DATE <b>4 NOV 2002</b> UEU <b>75 INPI PARIS</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0213765</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI		DB 540 W / 260899	
<b>Vos références pour ce dossier :</b> <i>(facultatif)</i>			B. 1197 - PI/D7		
<b>6 MANDATAIRE</b>					
Nom					
Prénom					
Cabinet ou Société			SNPE		
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			LC 018B		
Adresse	Rue	12, Quai Henri IV			
	Code postal et ville	75004	PARIS		
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>					
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>					
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>					
<b>7 INVENTEUR (S)</b>					
Les inventeurs sont les demandeurs			<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non <b>Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée</b>		
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>			Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)		
Établissement immédiat ou établissement différé			<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>		
Paiement échelonné de la redevance			<b>Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non		
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>			<b>Uniquement pour les personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i> <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :</i>		
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			1		
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire) Carol WALIGORSKI Chef du Service Propriété Industrielle PG 10206			<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>  C. TRAN		

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

Page suite N° 1.../1...

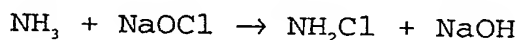
REMISE DES COPIES DATE <b>4 NOV 2002</b> LIEU <b>75 INPI PARIS</b> N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI <b>0213765</b>		Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire		08 829 W / 260399	
<b>Vos références pour ce dossier (facultatif)</b>				B.1197 - PI/D7			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>				Pays ou organisation			
				Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N°			
				Pays ou organisation			
				Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N°			
				Pays ou organisation			
				Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N°			
<b>5 DEMANDEUR</b>							
Nom ou dénomination sociale				CENTRE NATIONAL DE RECHERCHE SCIENTIFIQUE			
Prénoms							
Forme juridique				Etablissement public national à caractère administratif			
N° SIREN				1 . 8 . 0 . 0 . 8 . 9 . 0 . 1 . 3			
Code APE-NAF				7 . 3 . 1 . Z			
Adresse		Rue		3, Rue Michel Ange			
		Code postal et ville		75016 PARIS			
Pays				FRANCE			
Nationalité				Française			
N° de téléphone (facultatif)							
N° de télécopie (facultatif)							
Adresse électronique (facultatif)							
<b>5 DEMANDEUR</b>							
Nom ou dénomination sociale				UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON 1			
Prénoms							
Forme juridique				Etablissement public national à caractère scientifique			
N° SIREN				1 . 9 . 6 . 9 . 1 . 7 . 7 . 4 . 4			
Code APE-NAF				8 . 0 . 3 . Z			
Adresse		Rue		43, Boulevard du 11 Novembre 1918			
		Code postal et ville		69622 VILLEURBANNE - CEDEX			
Pays				FRANCE			
Nationalité				Française			
N° de téléphone (facultatif)							
N° de télécopie (facultatif)							
Adresse électronique (facultatif)							
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>				<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>			
Carol WALIGORSKI Chef du Service Propriété Industrielle - PG. 10206				C. TRAN			

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI

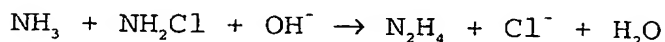
La présente invention concerne un procédé de  
synthèse de la monochloramine. Plus précisément, la  
présente invention concerne un procédé de synthèse de la  
monochloramine par réaction du chlorure d'ammonium avec  
5 de l'hypochlorite de sodium.

Une des principales applications de la monochloramine  
est la synthèse d'hydrazines substituées ou non,  
composés utilisés dans l'industrie spatiale pour la  
fabrication de propergols, en agrochimie pour la  
10 synthèse de régulateurs de croissance ou de produits  
phytosanitaires ou encore dans l'industrie  
pharmaceutique.

L'homme du métier connaît déjà un procédé de  
15 synthèse de la monochloramine, par réaction de  
l'hypochlorite de sodium avec de l'ammoniac, il s'agit  
de la première étape du procédé Raschig :



Dans une telle synthèse l'ammoniac est toujours utilisé  
20 en excès par rapport à l'hypochlorite de sodium. Il est  
aussi connu d'utiliser une solution mixte d'ammoniac et  
de chlorure d'ammonium, le rapport entre la  
concentration en ammoniac total (ammoniac et chlorure  
d'ammonium) et la concentration d'hypochlorite de sodium  
25 étant de l'ordre de 3. L'excès d'ammoniac par rapport à  
l'hypochlorite de sodium est une condition nécessaire  
pour obtenir de la chloramine stable, avec un rendement  
élevé. Or, l'inconvénient de telles conditions de  
réaction est la présence d'hydrazine comme sous-produit  
30 de réaction. En effet, l'ammoniac étant utilisé en excès  
par rapport à l'hypochlorite de sodium, il réagit avec  
la chloramine ainsi synthétisée pour former de  
l'hydrazine :





Le procédé Raschig étant utilisé pour la synthèse de la monométhylhydrazine, la présence d'hydrazine dans le milieu réactionnel est un inconvénient majeur. Il faut ensuite éliminer l'hydrazine, soit par distillation, 5 soit par voie catalytique, ce qui augmente considérablement le coût du procédé.

L'homme du métier est donc toujours à la recherche d'un procédé de synthèse de monochloramine, dans des conditions stoechiométriques, c'est-à-dire sans excès 10 d'ammoniac, afin d'éviter toute réaction parallèle entre la monochloramine formée et l'ammoniac résiduel dans le milieu réactionnel.

La présente invention a pour objet un tel procédé.

15 La présente invention concerne un procédé de synthèse de monochloramine par réaction d'une solution de chlorure d'ammonium avec une solution d'hypochlorite de sodium, caractérisé en ce que la solution d'hypochlorite de sodium est préalablement alcalinisée 20 par une base inorganique et en ce que le rapport entre la concentration de chlorure d'ammonium dans le milieu réactionnel et la concentration d'hypochlorite de sodium dans le milieu réactionnel soit compris entre 1 et 1,5. Le rapport entre la concentration de chlorure d'ammonium 25 dans le milieu réactionnel et la concentration d'hypochlorite de sodium dans le milieu réactionnel est préférentiellement égal à 1,1.

La réaction est effectuée « volume à volume », cela signifie que le volume de la solution d'hypochlorite de sodium utilisé et le volume de la solution de chlorure 30 d'ammonium utilisé sont identiques.

Ce procédé permet de synthétiser la monochloramine avec un rendement élevé, supérieur à 95%, dans des conditions 35 « quasi-stoechiométriques ». On appelle conditions « quasi-stoechiométriques » des conditions de réaction

dans lesquelles le chlorure d'ammonium est utilisé en léger excès par rapport à l'hypochlorite de sodium. Ainsi, toute réaction compétitive entre la monochloramine formée et l'ammoniac restant dans le milieu réactionnel est évitée. Ce procédé permet d'obtenir une solution finale concentrée en monochloramine et contenant très peu d'ammoniac. Ainsi, le taux d'ammoniac résiduel est inférieur d'environ 95% par rapport aux procédés de l'état de la technique.

10

De façon surprenante, il a été trouvé que le fait d'utiliser une solution d'hypochlorite de sodium préalablement alcalinisée par une base inorganique permettait de synthétiser la chloramine dans des conditions quasi-stoechiométriques, avec un très bon rendement, supérieur à 95%, la chloramine ainsi synthétisée étant stable. En effet, des essais comparatifs montrent qu'une simple transposition du procédé classique, en opérant dans des conditions stoechiométriques, ne permettait de synthétiser la chloramine qu'avec un faible rendement, de l'ordre de 50%, la chloramine formée dans de telles conditions de réaction étant instable.

15

20

La base inorganique est de préférence choisie dans le groupe constitué par l'hydroxyde de sodium, l'hydroxyde de potassium et l'hydroxyde de lithium. De façon particulièrement préférée, la base inorganique est l'hydroxyde de sodium. La base inorganique utilisée pour alcaliniser la solution d'hypochlorite de sodium est utilisée soit sous forme solide, soit sous forme de solution aqueuse. De façon particulièrement préférée, la base inorganique est utilisée sous forme d'une solution aqueuse. La concentration de la base inorganique dans la solution d'hypochlorite de sodium est généralement comprise entre 0,05 mol/l et 1 mol/l, de préférence

25

30

35

entre 0,1 mol/l et 0,5 mol/l. Le pH du milieu réactionnel est ainsi compris entre 8 et 11.

La solution d'hypochlorite de sodium utilisée est une solution d'eau de Javel ayant un degré chlorométrique  
5 compris entre 45° (ce qui correspond à une concentration d'environ 2 mol/l en hypochlorite de sodium) et 70° (ce qui correspond à une concentration d'environ 3 mol/l en hypochlorite de sodium). La concentration de  
10 l'hypochlorite de sodium dans le milieu réactionnel est comprise entre 0,5 mol/l et 1,5 mol/l.  
La réaction est généralement effectuée à une température comprise entre -15°C et 0°C.

On donne maintenant un mode de réalisation préférée  
15 de l'invention. La réaction est effectuée dans un réacteur à double paroi, permettant ainsi la circulation d'un fluide thermostatique entre les deux parois. La température au sein du réacteur est comprise entre -15°C et 0°C. Une solution de chlorure d'ammonium est  
20 introduite dans ce réacteur. Une solution d'hypochlorite de sodium alcalinisée est préparée. Pour cela, on mélange au préalable une base inorganique, de préférence sous forme d'une solution aqueuse et une solution d'hypochlorite de sodium. La concentration de la base  
25 inorganique dans la solution d'hypochlorite de sodium est généralement comprise entre 0,05 mol/l et 1 mol/l. La solution d'hypochlorite de sodium alcalinisée est refroidie à une température comprise entre -20°C et -5°C, et est introduite goutte à goutte dans le réacteur,  
30 à l'aide d'une ampoule de coulée. Le volume de solution d'hypochlorite de sodium introduit est identique au volume de la solution de chlorure d'ammonium présent dans le réacteur. Les concentrations des deux solutions sont choisies de telle sorte que le rapport entre la  
35 concentration de chlorure d'ammonium dans le milieu réactionnel et la concentration d'hypochlorite de sodium

dans le milieu réactionnel soit compris entre 1 et 1,5, de préférence proche de 1,1. La concentration de la solution d'hypochlorite de sodium dans le milieu réactionnel est généralement comprise entre 0,5 mol/l et 1,5 mol/l. L'addition de la solution d'hypochlorite de sodium dure environ 15 minutes. La température du milieu réactionnel est comprise entre  $-15^{\circ}\text{C}$  et  $0^{\circ}\text{C}$ , de préférence proche de  $-8^{\circ}\text{C}$ . En fin de réaction, une solution de chloramine est obtenue avec un très bon rendement, de l'ordre de 99%. Le milieu réactionnel contient très peu d'ammoniac résiduel, sa concentration est inférieure à 0,2 mol/l.

Les exemples qui suivent illustrent, à titre non limitatif des possibilités de mise en œuvre de l'invention.

Exemple 1 : synthèse de la chloramine à partir d'une solution d'hypochlorite de sodium 2,07 mol/l et d'une solution de chlorure d'ammonium 2,28 mol/l.

La réaction est effectuée dans un réacteur de 100 ml, à double paroi en verre borosilicaté. La température au sein du réacteur est maintenue à  $-11^{\circ}\text{C}$  par circulation d'un fluide thermostatique. On introduit dans ce réacteur 20 ml d'une solution de chlorure d'ammonium, 2,28 mol/l. On prépare une solution d'hypochlorite de sodium 2,07 mol/l dont la concentration en hydroxyde de sodium est de 0,12 mol/l. On introduit ensuite, dans ce même réacteur, goutte à goutte, 20 ml de la solution d'hypochlorite de sodium préalablement préparée et refroidie à  $-15^{\circ}\text{C}$ . La concentration en chlorure d'ammonium dans le milieu réactionnel est donc de 1,14 mol/l et la concentration en hypochlorite de sodium dans le milieu réactionnel est donc de 1,035 mol/l. Le rapport des concentrations de chlorure d'ammonium et

d'hypochlorite de sodium ( $[\text{NH}_4\text{Cl}]/[\text{NaOCl}]$ ) est égal à 1,1. L'addition dure 15 minutes et est effectuée à l'aide d'une ampoule de coulée. La température du milieu réactionnel se fixe à  $-7^\circ\text{C}$  sous agitation.

- 5 On obtient en fin de réaction une solution de chloramine 1,03 mol/l, ce qui correspond à un rendement de 99,5%. On mesure la concentration en ammoniac total résiduel, elle est de 0,105 mol/l.

- 10 Exemple 2 : synthèse de la chloramine à partir d'une solution d'hypochlorite de sodium 3 mol/l et d'une solution de chlorure d'ammonium 3,34 mol/l.

- La réaction est effectuée dans un réacteur de 100 ml, à  
15 double paroi en verre borosilicaté. La température au sein du réacteur est maintenue à  $-12^\circ\text{C}$  par circulation d'un fluide thermostatique. On introduit dans ce réacteur 20 ml d'une solution de chlorure d'ammonium, 3,34 mol/l. On prépare une solution d'hypochlorite de sodium 3 mol/l dont la concentration en hydroxyde de sodium est de 0,3 mol/l. On introduit ensuite, dans ce même réacteur, goutte à goutte, 20ml de la solution d'hypochlorite de sodium préalablement préparée et refroidie à  $-5^\circ\text{C}$ . La concentration en chlorure d'ammonium dans le milieu réactionnel est donc de 1,17 mol/l et la concentration en hypochlorite de sodium dans le milieu réactionnel est donc de 1,5 mol/l. Le rapport des concentrations de chlorure d'ammonium et d'hypochlorite de sodium ( $[\text{NH}_4\text{Cl}]/[\text{NaOCl}]$ ) est égal à  
25 1,1. L'addition dure 15 minutes et est effectuée à l'aide d'une ampoule de coulée. La température du milieu réactionnel se fixe à  $-8^\circ\text{C}$  sous agitation. On obtient en fin de réaction une solution de chloramine 1,43 mol/l, ce qui correspond à un rendement de 95,3%.  
30 On mesure la concentration en ammoniac total résiduel, elle est de 0,17 mol/l.  
35

Les exemples 3 et 4 qui suivent ne font pas partie de l'invention. Ils ont été réalisés dans le but de montrer d'une part l'amélioration apportée par le procédé objet de l'invention par rapport à l'état de la technique, et d'autre part, que le procédé objet de l'invention n'est pas une simple transposition du procédé déjà connu de l'homme du métier.

10 Exemple 3 : synthèse de la chloramine, selon la 1ère étape du procédé Raschig, à partir d'une solution d'hypochlorite de sodium 2,01 mol/l et d'une solution mixte d'ammoniac 3,60 mol/l et de chlorure d'ammonium 2,38 mol/l.

15

La réaction est effectuée dans un réacteur de 100 ml, à double paroi en verre borosilicaté. La température au sein du réacteur est maintenue à -11°C par circulation d'un fluide thermostatique. On introduit dans ce réacteur 20 ml d'une solution mixte d'ammoniac 3,6 mol/l et de chlorure d'ammonium 2,38 mol/l. On introduit ensuite, dans ce même réacteur, goutte à goutte, 20ml d'une solution d'hypochlorite de sodium, 2,01 mol/l, préalablement refroidie à -15°C. Le rapport des concentrations en ammoniac total et en hypochlorite de sodium ( $([\text{NH}_4\text{Cl}] + [\text{NH}_3])/[\text{NaOCl}]$ ) est égal à 2,9. L'addition dure 15 minutes et est effectuée à l'aide d'une ampoule de coulée. La température du milieu réactionnel se fixe à -7°C sous agitation.

25  
30 On obtient en fin de réaction une solution de chloramine 1,00 mol/l, ce qui correspond à un rendement de 99,9%. On mesure la concentration en ammoniac total résiduel, elle est de 1,99 mol/l, ce qui est nettement supérieur à la concentration en ammoniac total résiduel obtenu selon le procédé objet de l'invention.

35

Exemple 4 : synthèse de la chloramine, selon la 1ère étape du procédé Raschig, en conditions stoechiométriques, c'est-à-dire à partir d'une solution d'hypochlorite de sodium 2,17 mol/l et d'une solution d'ammoniac 2,38 mol/l.

La réaction est effectuée dans un réacteur de 100 ml, à double paroi en verre borosilicaté. La température au sein du réacteur est maintenue à  $-11^{\circ}\text{C}$  par circulation d'un fluide thermostatique. On introduit dans ce réacteur 20 ml d'une solution d'ammoniac 2,38 mol/l. On introduit ensuite, dans ce même réacteur, goutte à goutte, 20ml d'une solution d'hypochlorite de sodium, 2,17 mol/l, préalablement refroidie à  $-15^{\circ}\text{C}$ . Le rapport des concentrations en ammoniac et en hypochlorite de sodium ( $[\text{NH}_3]/[\text{NaOCl}]$ ) est égal à 1,1. L'addition dure 15 minutes et est effectuée à l'aide d'une ampoule de coulée. La température du milieu réactionnel se fixe à  $-5^{\circ}\text{C}$  sous agitation.

On obtient en fin de réaction une solution de chloramine 0,59 mol/l, ce qui correspond à un rendement de 54,3%, rendement nettement inférieur à celui obtenu selon le procédé objet de l'invention.



### Revendications

1. Procédé de synthèse de la monochloramine par réaction d'une solution de chlorure d'ammonium avec une solution d'hypochlorite de sodium, caractérisé en ce que la solution d'hypochlorite de sodium est préalablement alcalinisée par une base inorganique et en ce que le rapport entre la concentration de chlorure d'ammonium dans le milieu réactionnel et la concentration d'hypochlorite de sodium dans le milieu réactionnel soit compris entre 1 et 1,5.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le rapport entre la concentration de chlorure d'ammonium dans le milieu réactionnel et la concentration d'hypochlorite de sodium dans le milieu réactionnel est 1,1.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la base inorganique est choisie dans le groupe constitué par l'hydroxyde de sodium, l'hydroxyde de potassium et l'hydroxyde de lithium.
4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la base inorganique est l'hydroxyde de sodium.
5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la base inorganique est utilisée sous forme d'une solution aqueuse.
6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la concentration de la base inorganique dans la solution d'hypochlorite de sodium est comprise entre 0,05 mol/l et 1 mol/l.



7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la concentration de base inorganique dans la solution d'hypochlorite de sodium est comprise entre 0,1 et 0,5 mol/l.

5

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le volume de la solution d'hypochlorite de sodium utilisé et le volume de la solution de chlorure d'ammonium utilisé sont identiques.

10

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la réaction est effectuée à une température comprise entre  $-15^{\circ}\text{C}$  et  $0^{\circ}\text{C}$ .

15

10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la concentration de l'hypochlorite de sodium dans le milieu réactionnel est comprise entre 0,5 mol/l et 1,5 mol/l.

20

25

30

35



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

**BREVET D'INVENTION****CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

  
N° 11235\*02

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 2..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

<b>V s références pour ce dossier</b> (facultatif)		B.1197- PI/D7	
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		0213765	
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum) Procédé de synthèse de la monochloramine			
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b>			
ISOCHÉM 12, Quai Henri IV 75004 - PARIS		CENTRE NATIONAL DE RECHERCHE SCIENTIFIQUE 3, Rue Michel Ange 75016 - PARIS	
		UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON I 43, Boulevard du 11 Novembre 1918 69622 - VILLEURBANNE - CEDEX	
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
<b>Nom</b>		DELALU	
<b>Prénoms</b>		Henri	
<b>Adresse</b>	<b>Rue</b>	35, Rue Bichat	
	<b>Code postal et ville</b>	69002	LYON
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>		UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON I	
<b>Nom</b>		DURICHE	
<b>Prénoms</b>		Cécile	
<b>Adresse</b>	<b>Rue</b>	76, Rue Bellecombe	
	<b>Code postal et ville</b>	69006	LYON
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>		UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON I	
<b>Nom</b>		BERTHET	
<b>Prénoms</b>		Jacques	
<b>Adresse</b>	<b>Rue</b>	23, Rue Antoinette	
	<b>Code postal et ville</b>	69003	LYON
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>		UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON I	
<b>DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>		28 octobre 2002 	
Carol WALIGORSKI Chef du Service Propriété Industrielle PG 10206			

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

**BREVET D'INVENTION****CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235\*02

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2.. / 2..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 113 W / 260899

<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif)		B.1197- PI/D7	
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		0213765	
<b>TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> Procédé de synthèse de la monochloramine			
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b>			
ISOCHÉM 12, Quai Henri IV 75004 - PARIS		CENTRE NATIONAL DE RECHERCHE SCIENTIFIQUE 3, Rue Michel Ange 75016 - PARIS	
		UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON 1 43, Boulevard du 11 Novembre 1918 69622 - VILLEURBANNE - CEDEX	
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
<b>Nom</b>		LE GARS	
<b>Prénoms</b>		Pierre	
<b>Adresse</b>	<b>Rue</b>	Chemin de la loge Résidence de l'île	
	<b>Code postal et ville</b>	31400	TOULOUSE
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>		SNPE	
<b>Nom</b>			
<b>Prénoms</b>			
<b>Adresse</b>	<b>Rue</b>		
	<b>Code postal et ville</b>		
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>			
<b>Nom</b>			
<b>Prénoms</b>			
<b>Adresse</b>	<b>Rue</b>		
	<b>Code postal et ville</b>		
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>			
<b>DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>		28 octobre 2002 <i>W. Waligorski</i>	
Carol WALIGORSKI Chef du Service Propriété Industrielle PG 10206			

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



11